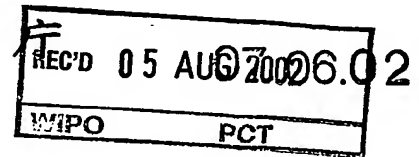


日 本 国 特 許
JAPAN PATENT OFFICE



#2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 4月30日

REC'D 05 AUG 2002

WIPO PCT

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-129171

[ST.10/C]:

[JP2002-129171]

出 願 人

Applicant(s):

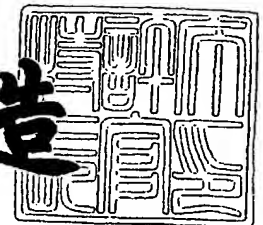
株式会社フロンティア・ジャパン

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2002年 7月 5日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3053531

Best Available Copy

【書類名】 特許願

【整理番号】 PA02075

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C11B 3/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都渋谷区恵比寿一丁目24番15号 フェラービル
7階 株式会社フロンティア・ジャパン内

【氏名】 藤田 英之

【特許出願人】

【識別番号】 501059268

【氏名又は名称】 株式会社フロンティア・ジャパン

【代理人】

【識別番号】 100098589

【弁理士】

【氏名又は名称】 西山 善章

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 057886

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0107642

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 エンジン用燃料の製造方法、製造装置及び製造プラント

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 植物性の高沸点油脂を濾過する前処理工程と、

高沸点油脂中にオゾンと還元剤と重合防止剤とを導入して攪拌し、還元剤と重合防止剤の存在下で反応度調整しながら高沸点油脂分とオゾンとを反応させて高沸点油脂分をクラッキングする一次処理工程と、

クラッキング反応で疲労した還元剤と重合防止剤とを含む固形分を濾別して除去する一次濾過工程と、

活性度の高い新たな還元剤と重合防止剤とを再度濾液に導入し、オゾンも併せて導入して引き続き高沸点油脂分を攪拌しながらクラッキングする二次処理工程と、

高沸点油脂分をクラッキングするこのような処理工程を二次以上数次にわたり、濾別工程を挟みながら繰り返し、高沸点油脂を低沸点油に改質し、併せて凍結防止剤を投入するエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 2】 前記攪拌処理における前記原料の組成を破壊してクラッキング現象を生じさせるに必要な回転速度は、実質的に少なくとも 1 分間当たり 1 万回転であることを特徴とする請求項 1 記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 3】 前記植物油は、廃棄植物を圧搾した濾液であることを特徴とする請求項 1 又は 2 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 4】 前記固形分の濾別は、活性白土、ケイソウ土、ゼオライト、活性炭、又は骨灰の少なくとも何れかを含む濾過材を、反応液 1 キロリットルに対して 2 0 k g 乃至 2 5 k g の割合で導入して使用することを特徴とする請求項 1 乃至 3 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 5】 前記オゾンは、クラッキング反応にオゾン含有空気の状態で導入するものとし、その濃度は 5 0 0 p p m 乃至 3 0 , 0 0 0 p p m であることを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 6】 前記還元剤は、酸化第二鉄化合物又は銅化合物の少なくともどちらかを含み、反応液 1 キロリットル当たり 0 . 1 5 g の割合で使用すること

を特徴とする請求項 1 乃至 5 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 7】 前記重合防止剤は、燐系化合物を用い、反応液 1 キロリットル当たり 0. 2 g 乃至 0. 2 5 g の割合で使用することを特徴とする請求項 1 乃至 6 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 8】 前記凍結防止剤は、ひまし油を用い、低沸点油中に濃度 0. 0 5 w t % 乃至 0. 1 w t % の割合で導入することを特徴とする請求項 1 乃至 7 の何れか一項に記載のエンジン用燃料の製造方法。

【請求項 9】 植物性高沸点油脂をクラッキングして低沸点油に改質するエンジン用燃料製造装置であり、

高沸点油脂を導入する反応缶と、

反応缶内の攪拌手段とを含み、

攪拌手段は、反応液を回転させるプロペラ回転板と、

反応缶内周に設けた邪魔板とを含み、

その邪魔板は垂直板の板幅方向を反応缶内で周壁面から中心方向に突出し、板縁にはノコギリ目を刻んであり、還元剤と重合防止剤とを投入する投入部を設けたエンジン用燃料製造装置。

【請求項 1 0】 プロペラ回転板は、プロペラ周縁部にノコギリ目を刻んである請求項 9 に記載のエンジン用燃料製造装置。

【請求項 1 1】 植物性高沸点油脂をクラッキングして低沸点油に改質するエンジン用燃料製造装置であり、

高沸点油脂を導入する反応缶と、

反応缶内の攪拌手段と、クラッキング反応を起こすオゾンガス導入管とを有し

、
オゾンガス導入管噴き出し口近くには、オゾンガスを懸濁する懸濁手段を有し

、
懸濁手段は、ワイヤーを弾性に巻回してある水平回転棒で形成し、

反応缶には還元剤と重合防止剤とを投入する投入部を設けたエンジン用燃料製造装置。

【請求項 1 2】 油脂を貯蔵する原料タンクと、原料タンク内の油脂から固

形成分を除去する濾過装置と、

濾過装置が濾過した油脂にオゾンを反応させて一度目のクラッキングをする第一次反応槽と、

クラッキング反応で関与した水分を分離する油水分離装置と、

油水分離装置で水相成分を排除した油脂相に濾材を投入する濾材投入槽と、

濾材を投入した油脂を第一次濾過する第一次濾過装置と、

濾過した油脂にオゾンを反応させて二度目のクラッキングをする第二次反応槽と、

二度目のクラッキングをした油脂を濾過する第二次濾過装置と、

第二次濾過した油脂に添加物を加える添加装置と、

油水分離装置で油脂相を排除した水相成分を浄化する不純物吸着槽と濾過槽とを設け、

第一次反応槽と第二次反応槽とには、還元剤と重合防止剤とを投入する投入部をそれぞれに設けたエンジン用燃料製造プラント。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、植物性高沸点油脂から低沸点のエンジン用燃料を製造する製造方法、製造装置及び製造プラントに関し、更に詳しくは、例えば植物性の高沸点の使用済み油脂などから、低沸点の例えばディーゼルエンジン用燃料を再生するエンジン用燃料の製造方法、製造装置及び製造プラントに関する。

【0002】

【従来の技術】

地球上に埋蔵されている石油、石炭、又は天然ガス等の化石燃料又は鉱物油の埋蔵量は、当然のことながら限度があり、近年のペースで掘削し使用し続けると、数十年後には枯渇することが危惧されている。

【0003】

日本国における植物廃油（廃食油）の排出量は、公的発表では、外食産業、食品加工工場等の企業から年間約20万トン、一般家庭から約20万トンの合計4

0万トンと言われている。

【0004】

植物油製造メーカーの食用油の出荷量は、100万トンから150万トン程度となっており、この事から植物油の排出量は実際にはもっと多く排出されていることが想像される。現代ではこの植物廃油（廃食油）による環境汚染が社会問題としてクローズアップされ解決策が急がれている。

【0005】

ここ数年、植物廃油の一部については、図14に示すような工程で行ういわゆる「メチルエステル化技術」が知られている。この技術によって植物廃油は、ディーゼルエンジン用燃料としてリサイクルされている。当該技術は、触媒としては水酸化ナトリウムを使用し、同時に大量のメタノール又はエタノールを投入してメチルエステル化する。

【0006】

しかし、メチルエステル化技術には以下のような問題点がある。植物廃油に対しメタノール又はエタノールを大量に投入するので生産コストが高い。メタノール及びエタノールは、揮発しやすく、引火点も低いことから、防災上プラント建設費が高い。また、作業上の安全性にも問題がある。燃焼ガス排気中にホルムアルデヒド、アクロレイン、ベンゼン等が多く排出され、ピストン、ピストンリング、ヘッド内部にトラブルが発生しやすい。

【0007】

そこで、本願の発明者は、先に、上述のメチルエステル化技術の欠点を改良する目的で、植物油（バージン油）又は植物廃油のディーゼルエンジン用燃料化精製方法を開示した（特開2000-219886号公報）。

【0008】

前記公報で開示されている植物油（バージン油）又は植物廃油のディーゼルエンジン用燃料化精製方法及び装置は、植物廃油を短時間で安価にディーゼルエンジン用燃料に精製することができる。また、化学薬品を使わないので設備の危険性も少なく、精製後の廃棄物も殆ど出さないもので、リサイクルシステムとしても顕著な効果がある。さらにまた、燃料として用いた場合、装置構成も簡易で、短

時間で安価に精製できるので、市販の燃料とコスト的に十分対向し得るものである。そればかりか、従来のメチルエステル化技術により精製された燃料のみならず、市販の軽油と比較してもはるかに燃焼性がよい。しかもディーゼルエンジンの排気ガス中の CO_2 、 NO_x 、 SO_x の量も従来の軽油使用ディーゼルエンジンの排気ガスより50%乃至30%以下と非常に少なく、大気環境汚染の改善にも役立つクリーンな燃料である。

【0009】

このような良質のディーゼルエンジン用燃料を、廃棄される植物廃油から常温に近い温度で簡単に安価に再生し得るこの発明の植物廃油のディーゼルエンジン用燃料化精製方法は画期的なものである。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記のような画期性に加え、更に高性能のエンジン燃料を生産できるエンジン用燃料の製造方法、製造装置及び製造プラントを提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、先に提案したディーゼルエンジン用燃料化精製方法に加え、これに還元剤・重合防止剤を追加すると、オゾンによる酸化クラッキング反応が更に効果的かつ適切に調整され、より優れた品質のエンジン用燃料が効率よく得られることを見いだした。

【0012】

このため、本願のエンジン用燃料の製造方法は、植物性の高沸点油脂を濾過する前処理工程と、高沸点油脂中にオゾンと還元剤と重合防止剤とを導入して攪拌し、還元剤と重合防止剤の存在下で反応度調整しながら高沸点油脂分とオゾンとを反応させて高沸点油脂分をクラッキングする一次処理工程と、クラッキング反応で疲労した還元剤と重合防止剤とを含む固形分を濾別して除去する一次濾過工程と、活性度の高い新たな還元剤と重合防止剤とを再度濾液に導入し、オゾンも併せて導入して引き続き高沸点油脂分を攪拌しながらクラッキングする二次処理

工程、高沸点油脂分をクラッキングするこのような処理工程を二次以上数次にわたり、濾別工程を挟みながら繰り返し、高沸点油脂を低沸点油に改質し、併せて凍結防止剤を投入する。

【 0 0 1 3 】

前記攪拌処理における前記原料の組成を破壊してクラッキング現象を生じさせるのに必要な回転速度は、実質的に少なくとも1分間当たり1万回転であるとよい。

【 0 0 1 4 】

前記植物油は、廃棄植物を圧搾した濾液であってもよい。

【 0 0 1 5 】

前記固形分の濾別は、活性白土、ケイソウ土、ゼオライト、活性炭、又は骨灰の少なくとも何れかを含む濾過材を、反応液1キロリットルに対して20kg乃至25kgの割合で導入して使用するとよい。

【 0 0 1 6 】

前記オゾンは、クラッキング反応にオゾン含有空気の状態を導入するものとし、その濃度は500ppm乃至30,000ppmであるとよい。

【 0 0 1 7 】

前記還元剤は、酸化第二鉄化合物又は銅化合物の少なくともどちらかを含み、反応液1キロリットル当たり0.15gの割合で使用するとよい。

【 0 0 1 8 】

前記重合防止剤は、燐系化合物を用い、反応液1キロリットル当たり0.2g乃至0.25gの割合で使用するとよい。

【 0 0 1 9 】

前記凍結防止剤は、ひまし油を用い、低沸点油中に濃度0.05wt%乃至0.1wt%の割合で導入するとよい。

【 0 0 2 0 】

本願のエンジン用燃料の第一の製造装置は、植物性高沸点油脂をクラッキングして低沸点油に改質するエンジン用燃料製造装置であり、高沸点油脂を導入する反応缶と、反応缶内の攪拌手段とを含み、攪拌手段は、反応液を回転させるプロ

ペラ回転板と、反応缶内周に設けた邪魔板とを含み、その邪魔板は垂直板の板幅方向を反応缶内で周壁面から中心方向に突出し、板縁にはノコギリ目を刻んであり、還元剤と重合防止剤とを投入する投入部を設けた。

【0021】

前記プロペラ回転板は、プロペラ周縁部にノコギリ目を刻んであるとよい。

【0022】

本願のエンジン用燃料の第二の製造装置は、植物性高沸点油脂をクラッキングして低沸点油に改質するエンジン用燃料製造装置であり、高沸点油脂を導入する反応缶と、反応缶内の攪拌手段と、クラッキング反応を起こすオゾンガス導入管とを有し、オゾンガス導入管噴き出し口近くには、オゾンガスを懸濁する懸濁手段を有し、懸濁手段は、ワイヤーを弾性に巻回してある水平回転棒で形成し、反応缶には還元剤と重合防止剤とを投入する投入部を設けたエンジン用燃料製造装置である。

【0023】

本願のエンジン用燃料の製造プラントは、油脂を貯蔵する原料タンクと、原料タンク内の油脂から固形成分を除去する濾過装置と、濾過装置が濾過した油脂にオゾン反応させて一度目のクラッキングをする第一次反応槽と、クラッキング反応で関与した水分を分離する油水分離装置と、油水分離装置で水相成分を排除した油脂相に濾材を投入する濾材投入槽と、濾材を投入した油脂を第一次濾過する第一次濾過装置と、濾過した油脂にオゾン反応させて二度目のクラッキングをする第二次反応槽と、二度目のクラッキングをした油脂を濾過する第二次濾過装置と、濾過した油脂に添加物を加える添加装置と、油水分離装置で油脂相を排除した水相成分を浄化する不純物吸着槽と濾過槽とを設け、第一次反応槽と第二次反応槽には、還元剤と重合防止剤とを投入する投入部をそれぞれに設けた。

【0024】

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係るエンジン用燃料の製造方法の実施の形態を説明する。

【0025】

<製造方法>

エンジン用燃料の製造に当たっては、植物性の高沸点油脂中にオゾンと還元剤と重合防止剤とを導入する。還元剤と重合防止剤とを導入する高沸点油脂は、植物性油脂は、具体的には例えば、パーム油、パームナッツ油、大豆油、綿実油、落花生類油、ひまわり油、菜種油、トウモロコシ油、ヤシ油、オリーブオイル油、ヒマシ油、ゴマ油、あまに油などから選ばれる少なくとも一種類以上を挙げることができる。これらは単独でもよく、組み合わせた混合油であってもよい。

【0026】

植物性油脂は、事実上の未使用油（バージン油）でもよく、本来目的を達成した使用済み油（廃油）でもよい。廃棄植物を圧搾した濾液でもよく、その圧搾方法は問わない。油脂中に固体成分が混在している場合は、濾過に先立って濾材を混入して濾過する。

【0027】

固体成分を濾過するのに使用する濾材としては、活性白土、ケイソウ土、ゼオライト、活性炭、骨灰等を挙げることができる。これらは単独でもよく、組み合わせて用いてもよい。濾材の使用量は、使用する濾過装置の特性に合わせ定めるとよい。

【0028】

こうした植物性油脂は一般に、沸点、引火点が高く、そのままではエンジン燃料として使用することも簡単に廃棄することもできない。

【0029】

本実施の形態は、植物性高沸点油脂を反応液とし、反応液中にオゾンを導入して高沸点油脂をクラッキングさせる。オゾンの導入は、空気をキャリアガスとしたオゾンガス、例えばオゾンを含む空気の導入をもって行ってもよく、オゾンを含む水の導入をもって行ってもよい。両者を併用してもよい。オゾンガスの導入は、液状油脂の底部から例えばバブリングする。

【0030】

植物性油脂中にはオゾンとともに還元剤を導入する。オゾンとともに導入する還元剤としては、酸化第二鉄、銅化合物を挙げることができる。

【0031】

還元剤とともに更に重合防止剤を導入する。還元剤とともに導入する重合防止剤としては、隣系化合物を挙げることができる。

【0032】

反応液中に導入するオゾン濃度は、キャリアガスを空気とするオゾン含有空気の場合、例えば標準圧力下に換算して500ppm乃至30,000ppm、好ましくは2,000ppm乃至10,000ppmが望ましい。

【0033】

オゾンを含む水の場合、例えば飽和水を導入する。導入割合は、導入後のオゾンを含む水を加えた反応液全体中で、例えば3wt%乃至8wt%が望ましい。

【0034】

オゾンとともに導入する還元剤の割合は、反応油脂1キロリットルに対し、1回1工程で0.15g程度が望ましい。2回以上の繰り返し工程を経る場合、工程をくり返すごとに反応油脂1キロリットルに対しほぼ0.15gをその都度新たにくり返し導入する。

【0035】

還元剤とともに導入する重合防止剤の割合は、反応油脂1キロリットルに対し、例えば0.2g乃至0.25gが望ましい。2回以上の繰り返し工程を経る場合、工程をくり返すごとに0.2g乃至0.25gをその都度新たにくり返し導入するとよい。

【0036】

油脂のクラッキング反応は、通常、回転攪拌下でオゾンを供給しながら行う。オゾン含有ガスの供給は、反応液中にオゾン含有ガスをバブリングしながら行うとよい。

【0037】

クラッキング反応は、反応液を激しく回転しながら行う。回転は、剪断効果の高い攪拌機を用いるのが好ましい。剪断効果を高めてない攪拌装置を使用する場合、例えば10,000rpm乃至30,000rpmが望ましい。剪断効果の高い攪拌機を用いる場合、250rpm乃至1,000rpm、その中でも35

0 r p m 乃至 5 0 0 r p m で足りることがある。回転率が高いことは、作業安全管理上の観点で考えて好ましいことではない。剪断効果の高い攪拌機を用いることはその意味で大いに有利である。

【 0 0 3 8 】

反応温度は、反応油脂の引火点、発火点温度未満とし、例えば 4 0 ℃ 乃至 8 0 ℃、が望ましい。常温で固形の脂肪質をクラッキングする場合、流動化温度以上で行う。オゾンをおゾン水の状態で導入する場合、オゾン水も予め反応温度に合わせて導入するとよい。反応時間は 0 . 5 時間乃至 2 時間を目安とするとよい。

【 0 0 3 9 】

このようなクラッキング反応を行うと、高沸点油脂が改質した低沸点油脂が得られる。クラッキング反応の終結は沸点の値で判定するとよい。

【 0 0 4 0 】

反応の終結後、好ましくは通常、反応に供した還元剤、重合防止剤を除去する。除去は例えば濾過をもって行う。濾過に使用する濾材としては、例えば活性白土、ケイソウ土、ゼオライト、活性炭、又は骨灰などを挙げることができる。これらは単独でもよく、組み合わせてあってもよい。

【 0 0 4 1 】

濾材は、反応液 1 キロリットルに対して 2 0 k g 乃至 2 5 k g の割合で導入して使用するとよい。濾過操作は定法に従って行うとよい。濾過温度は引火点温度未満で、6 5 ℃ 以上とするとよい。

【 0 0 4 2 】

オゾンをおゾン含有水の状態で反応液に導入した場合、反応終結後の反応液は油水分離を行い、水相成分を切り離す。このようにすると、エンジン用燃料としての性能を下げかねない水溶性の夾雑物は水中に溶解して低沸点油中から排除される。

【 0 0 4 3 】

クラッキング反応終結後の濾液には、油脂が不飽和基の箇所で開裂した低沸点の各種の油性物質が混合している。沸点が灯油、軽油と同等であれば、ディーゼルエンジン用燃料として好ましく使用することができる。

【0044】

クラッキング反応で得られる低沸点油には、通常、反応の前後何れかの時期に好ましくは凍結防止剤を混入するとよい。凍結防止剤としては、例えばひまし油を挙げることができる。凍結防止剤は、低沸点油中に0.05wt%乃至0.1wt%の割合で混入するとよい。

【0045】

このようにして得られた低沸点油にはさらに必要な添加剤を加えることもある。

【0046】

<製造プラント>

植物性油脂からエンジン用燃料を製造するにあたっては、例えば下記に示す製造プランを使用し、複数の工程を通じて行うとよい。

【0047】

図1は、製造プラントの一例を示す図である。

【0048】

植物性の油脂を貯蔵する原料タンク1を設け、第一次反応槽2を原料タンク1の下流に設ける。第一次反応槽2の底部から吐出管を延設し、その吐出管にはオゾンガス管3を合流結合する。

【0049】

第一次反応槽2の下流には油水分離槽4を設ける。油水分離槽4からは油相管5と水相管6とを延長する。油水分離槽4の油相管5の下流側には濾材投入槽7を設け、濾材投入槽7の下流には第一次濾過装置8を設け、その下流に第二次反応槽9を設ける。第二次反応槽9の下流には第二次濾過装置10を設け、その下流に製品貯蔵タンク11を設ける。

【0050】

油水分離槽4の水相管6の下流側には不純物吸着材を内部に充填した不純物吸着槽12を設け、不純物吸着槽12の下流には活性炭を充填した濾過槽13を設け、さらにその下流にはオゾン注入槽14を設けてある。

【0051】

随所に、流通を停止する流通制御自動バルブ 1 5 とポンプ 1 6 が設けられている。

【 0 0 5 2 】

図 2 は、第一次反応槽 2 の第一の例の概念を示す図である。中空の缶体 2 1 を設け、周壁に加温ヒータジャケット 2 2 が取り付けられている。上部には原料タンク 1 から延びた油相管が通じてきて、還元剤・重合防止剤投入口 2 3 も上部に設ける。缶体 2 1 内には、上下方向に長い邪魔板 2 4 が板幅方向を内壁から中心方向に突き出すように取り付けられており、邪魔板 2 4 はその突き出し先端縁にこの切り状の刻み込みを設ける。

【 0 0 5 3 】

缶体 2 1 内の中心部には攪拌モーター 2 5 に連動する攪拌棒 2 6 を垂直に挿通し、攪拌棒の中段複数箇所に攪拌羽 2 7 を設け、下端にはプロペラ回転板で形成した攪拌羽 2 8 を設けて攪拌機を形成する。

【 0 0 5 4 】

缶体 2 1 の下部からは合成物吐出管が延設している。合成物吐出管には、オゾン発生機から通じてきたオゾンガス管 3 の先端が缶体 2 1 の接続口直近に合流し、吐出管根元付近を逆流してオゾンガスが缶体 2 1 内に侵入できるようになっている。缶体 2 1 の上部には、ガス抜き口 2 9 を設け、ガス抜き口 2 9 には活性炭筒を装着する。

【 0 0 5 5 】

図 3 は、プロペラ回転板型の攪拌羽 2 8 の拡大図である。下端のプロペラ回転板型の攪拌羽 2 8 は周縁にノコギリ状の刻み込みを設ける。攪拌羽 2 8 は、図 3 の 2 8 (a) のように 3 枚羽でもよく、2 8 (b) のように 4 枚羽でもよい。プロペラ回転板型の攪拌羽 2 8 は、邪魔板 2 4 と一体的に機能して反応液に剪断効果を発揮する。

【 0 0 5 6 】

図 4 は、第一次反応槽 2 の第二の例の概念を示す図である。攪拌棒 2 6 の下端にはプロペラ回転板型に代えて中段と同じ型の攪拌羽 2 7 を用いる。

【 0 0 5 7 】

缶体 2 内の下部には、棒の長さ方向を回転中心軸とする水平回転棒 3 0 が回転モータ 3 1 によって回転自在に貫通している。水平回転棒 3 0 は、缶体内の挿入範囲にワイヤーがワイヤブラシ状に弾性に巻回されている。その他は図 2 に示した第一の例と同様である。

【 0 0 5 8 】

図 5 は、第一次反応槽 2 の下流に設けられた自然分離型の油水分離槽 4 の概念を示す図である。槽内は底部を水相域とし、その上方を油相域としてある。油相域からは油相管 5 が延長し、水相域からは水相管 6 が延長している。油水分離槽 4 は必ずしも自然分離型に限る必要はない。例えば油水遠心分離器などを応用してもよい。

【 0 0 5 9 】

図 6 は、油水分離槽 4 から延びた油相管 5 が通じる濾材投入槽 7 の概念を示す図である。中空の缶体を設け、上部には油水分離槽 4 から延びた油相管 5 が通じてきている。内部には攪拌機 4 2 が設けられている。

【 0 0 6 0 】

図 7 は、濾材投入槽 7 の下流にある第一次濾過装置 8 の概念を示す図である。第一次濾過装置 8 は、多数の濾過板 4 3 を平行に配設し、加圧ポンプ 4 4 を内蔵している。

【 0 0 6 1 】

図 8 は、第二次反応槽 9 の概念を示す図である。第一次反応槽 2 の第一の例とほぼ同様である。ただし、邪魔板が無く、攪拌羽 2 8 が攪拌棒 2 1 の最下端に設けられている。缶体内下部には、オゾンの気泡を液相内に懸濁させる気泡懸濁手段 4 5 が設けられている。缶体上部には、ガス抜き口 2 9 を設け、ガス抜き口 2 9 には活性炭筒が装着されている。

【 0 0 6 2 】

第一次濾過装置 8 の下流に設ける第二次反応槽 9 としては、図 2、図 4 で例示した第一次反応槽 2 と同一形式の反応槽を応用してもよい。

【 0 0 6 3 】

図 9 は、第二次反応槽 9 の下流に設ける第二次濾過装置 1 0 の概念を示す図で

ある。周壁に加温ヒータジャケット 2 2 を装着した中空の缶体を設け、缶体内の下部に濾過材 4 6 を充填してある。缶体上部に導入口を設けてそこに第二次反応槽 9 から延びる合成物吐出管を連結してある。缶体内最下部からは濾液吐出管が延び、濾液吐出管が製品貯蔵部 1 1 に通じている。

【 0 0 6 4 】

なお、原料タンク 1 から第一次反応槽 2 に通じる中間には、図 1 で示した例と異なり、通常は、前処理用の濾過装置を設けるとよい。濾過装置は、加圧式でもよく、吸引式でもよい。

【 0 0 6 5 】

図 1 0 は、吸引式の濾過装置 5 0 の概念を示す図である。上下 2 段に二つの缶体 5 1、5 2 を上下に連ね、上段の缶体 5 1 の上部に原料タンク 1 の吐出管が通じている。また、上段の缶体 5 1 の下部から抜けて下段の缶体の上部に入る流通管も設けてある。上段の缶体 5 1 内には多数のパンチ孔を開口した水平受け板を設け、水平受け板には濾過材を堆積してある。下段の缶体 5 2 には真空ポンプ 5 3 で吸引できるようにしてあり、下段の缶体 5 2 の下部から、第一次反応槽 2 に吐出管が延びている。

【 0 0 6 6 】

図 1 1 は、加圧式の濾過装置 5 0 の概念を示す図である。多数の濾過板 4 3 を平行に配置し、使用済濾過用材排出板が設けられている。ギヤポンプ 4 4 を外付けで併設してある。

【 0 0 6 7 】

なお、図 1 0、図 1 1 が例示するタイプの濾過装置と同じ形式の濾過装置は、濾材投入槽 7 の下流に設ける第一次濾過装置 8、第二次反応槽 9 の下流に設ける第二次濾過装置 1 0 としても応用できることは言うまでもない。

【 0 0 6 8 】

第二次濾過装置 1 0 からは、図 1 で示した例と異なり、濾液吐出管が製品貯蔵部 1 1 に直接通じるよりも、むしろその中間で製品前処理装置を経由させるとよい。

【 0 0 6 9 】

図12は、製品前処理装置60の概念を示す図である。中空の缶体内にモーターつきの攪拌機を設け、缶体上部に第二次濾過装置10から濾液吐出管が通じている。缶体上部には添加剤定量器を有する添加剤投入部61を設け、缶体下部から吐出管が延びて製品貯蔵部11に通じている。

【0070】

<プラント製造>

エンジン用燃料の製造に当たっては、例えば上記の製造プランを使用し、例えば下記に示す工程で行うとよい。

【0071】

図13は、製造工程の概略を示す工程図である。例えば植物廃油からエンジン用燃料を製造するには、図13に示すように、通常は、前処理工程、一次処理工程、一次濾過工程、二次処理工程、二次濾過工程、その他の付属工程で行う。

【0072】

前処理工程では油脂中に混在する固形分を除去する。

【0073】

一次処理工程は、固形分を除去した油脂分をクラッキングする。

【0074】

一次濾過工程は、一次クラッキング工程に伴って加えた水分を除去する油水分離工程と、水分を切り離した油相中から混在する不純物を除去する工程を含む。

【0075】

二次処理工程は、油脂分を再度クラッキングする。

【0076】

二次濾過工程は、油相中から混在する不純物を除去する工程を含む。

【0077】

その他の付属工程は不純物除去工程と還流工程とからなる。不純物除去工程は、油水分離で分離した水相中から水分以外の混合成分を除去して浄化する。還流工程は、浄化した水中にオゾンを注入し、オゾンを注入した水を一次クラッキング工程に還流する。

【0078】

上記の工程は、例えば前記の製造プラントを使用し、例えば次のように実施する。

【0079】

植物油を原料タンク1に導入する。油脂中に固形分が混入している場合、前処理工程を行う。前処理用濾過装置60を経由させて一次処理工程に送る。油脂中に大量の固形分が混入している場合は、原料タンク1の段階で油脂中に濾材を混入してから、前処理用濾過装置を経由させるとよい。特に、多数の濾過板43を平行に配置した加圧式の濾過装置50（フィルタプレス）を使用する場合には、濾過装置50に導入する前に濾材を凝集剤として混入する。

【0080】

前処理工程を通過した油脂は、一次処理工程すなわち、第一次反応槽2に導入される。第一次反応槽2には、還元剤・重合防止剤も投入する。更に、オゾンを溶解させたオゾン水も加えるとよい。

【0081】

第一次反応槽2内をクラッキング反応の反応温度範囲に調整する。オゾンガスをオゾンガス管3から導入する。第一次反応槽2の吐出管の根元部分からオゾンガスを缶内に逆流させ、第一次反応槽2内でバブリングさせる。第一次反応槽2内は攪拌機で攪拌する。これによって、油脂に第一次のクラッキング反応処理を施す。

【0082】

第一次のクラッキング反応処理を終えた油脂は、次いで一次濾過工程に導入する。油水分離槽4で油水分離を行う。油相分は濾材投入槽7に移送され、そこで濾材を投入する。濾剤を投入した油脂は次いで、第一次濾過装置8で濾過される。

【0083】

二次処理工程では、第二次反応槽9で第二次のクラッキング反応を行う。第二次のクラッキング反応は、第一次のクラッキング反応処理とほとんど同様の処理を行う。第二次クラッキング反応が終結すれば、その時点で凍結防止剤などを投入してもよい。

【 0 0 8 4 】

次いで二次濾過工程に導入される。すなわち、第二次濾過装置 1 0 で濾過する。次いで、必要な添加物を添加し、製品貯蔵部 1 1 に移送される。

【 0 0 8 5 】

油水分離槽 4 で油水分離して得られた水相は、その他の付属工程で処理される。不純物吸着槽 1 2、濾過槽 1 3 を通じて浄化し、オゾン注入槽 1 4 でオゾンを注入する。オゾンを注入したオゾン水は、第一次反応槽 2 に還流する。

【 0 0 8 6 】

<特徴>

上記のプラント装置を使用した製造方法には、次のような特徴が見られる。

【 0 0 8 7 】

前処理工程で前処理用濾過装置を経由することから、固形不純物が混入する比較的質の低い油脂でも再生できる。

【 0 0 8 8 】

邪魔板とプロペラ回転板型攪拌羽 2 8 を使用した第一次反応槽 2 では、反応液の回転率が小さくても反応液に比較的大きな剪断負荷をかけることができる。このことから、反応液に危険を伴いやすい高速回転負荷をかけなくても分子量の大きい鎖状分子を効率よく開裂反応（クラッキング反応）させることができる。

【 0 0 8 9 】

複数の攪拌羽が攪拌棒に装着されているため、反応液内の各種成分は、ほぼ等濃度に均一化される。

【 0 0 9 0 】

ワイヤーをワイヤブラシ状に弾性に巻回された水平回転棒を挿通した第一次反応槽 2 では、反応液内でオゾンガスの気泡径を小さくして気液接触界面の面積を広くすることができるので、効率よく反応を進行させることができる。

【 0 0 9 1 】

第一次反応槽 2 ではオゾン水を使用している。反応液中にオゾン水が入ること、油脂中の水溶性成分は水相中に抽出される。

【 0 0 9 2 】

オゾンは水より油に溶解し易い。オゾン水を使用することで、油性反応液中に大量のオゾンを供給することができる。オゾンは酸化力が強く、多くのものを酸化する。酸化によって水溶性に変化したものは水相中に抽出される。

【0093】

第一次反応槽2、第二次反応槽9では還元剤・重合防止剤を投入する。これによってオゾンによる酸化反応が調整され、クラッキング反応が進行し過ぎて低沸点油脂になり過ぎたり、重合して高沸点油脂になり過ぎたりすることが防止される。すなわち、オゾニドが、アルデヒドあるいはケトンに効果的に転化して高品質のエンジン燃料を効率よく生産できる。

【0094】

反応に関与しないで反応液を離脱するオゾンは、第一次反応槽2あるいは第二次反応槽9内に滞留するが、ガス抜き口29には活性炭筒が装着され、外気に放散されることはほとんどない。

【0095】

水相中に抽出された成分は、不純物吸着槽12、濾過槽13を通じて水から切り離される。水から切り離され成分は、堆肥と混合して肥料などにリサイクルできる。

【0096】

油脂分は2度のクラッキング反応で開裂する。一次濾過工程を通過しただけの油脂であっても、燃料として通常は十分な燃焼性能を有するが、2回くり返すことで更に性能アップが図れる。

【0097】

高沸点油脂は、不飽和基の箇所が開裂し、軽油程度の沸点物質に改質する。植物性の油脂であればディーゼルエンジン油として十分な能力を有する。鉱物油軽油以上の機能も期待できる場合がある。しかも、植物オイルの不飽和基の所定の箇所が開裂していることから、過度に沸点が下がることもない。製造に当たり、エチルアルコール、メチルアルコールのような引火点の低い物質が介在することもないため、作業安全性が高い。

【0098】

凍結防止剤を加えると、冬季でも使用に耐える高性能の改質油脂が得られる。

【0099】

オゾンを供給するオゾン水は還流するので、クラッキング反応に関与したオゾン量だけ追加すればよく、実質的にオゾンの反応効率が向上する。

【0100】

第一次反応槽2、第二次反応槽9は、缶体21の上部にガス抜き口29が設けてあり、ガス抜き口29には活性炭筒を装着してあるから、酸化力の高いオゾンが直接外気に放散することがない。

【0101】

【実施例】

以下、本発明の実施例を説明する。

【0102】

図1に示すプラントの模型を組み立て、天ぷら廃油を以下の方法で改質した。前処理工程として吸引式の濾過装置50を加え、第一次反応槽2としては第一の例を用いた。また、製品貯蔵部11に貯蔵する前に製品前処理装置60を経由させた。

【0103】

天ぷら廃油を原料タンク1に導入し、次いで濾過装置50に移送し、混入していた固形分を除去した。濾過装置50には、濾材として活性白土を充填した。

【0104】

活性白土で濾過した廃油を第一次反応槽2に移送し、還元剤、重合防止剤を投入し、60分かけて一次クラッキングさせた。

【0105】

オゾンは、反応開始前に投入したオゾン水で導入し、オゾンガスでも導入した。攪拌は、反応液を500rpmで回転して行った。

【0106】

一次クラッキングした油脂は、油水分離槽4で油相と水相に分離し、油相は濾材投入槽7に導入した。濾材投入槽7で活性白土を投入し、次いで一次濾過を行った。

【0107】

一次濾過を行った油脂は、次いで二次処理工程に移した。第二次反応槽9で二次クラッキング工程を行った。オゾンはオゾンガスで供給した。オゾンガスは空気をキャリヤガスとし、オゾン濃度2,000ppmとし、1時間かけて連続的に供給した。攪拌は、反応液を速度2,000rpmで回転して行った。酸化第二鉄と重合防止剤とを投入した。反応時間は1時間とした。

【0108】

凍結防止剤としてひまし油を投入した。

【0109】

次いで、第二次濾過装置10で濾過した。濾材としては活性白土を使用した。二次濾過工程終了後、添加剤添加工程に移行した。添加剤を投入した。

【0110】

油水分離槽4で油相と分離した水相は、不純物吸着槽12を通し、濾過槽13を通して浄化し、浄化水にはオゾン注入槽14でオゾンを注入して次の操作に備えた。

【0111】

このようにして得られた低沸点油を分析した。その結果を表1に示す。

【表1】

	単位	軽油 (出光)	メチルエス テル化 国内基準	メチルエステル 化 EU基準	メチルエス テル化 国内某社	リバイブ (実施例) 燃料(植物)
密度15℃	g/cm ³	0.835	0.86から 0.90	0.86から 0.90	0.8828	0.8758
引火点	℃	65	Min 100	Min 100	130.1	51.3
目詰まり点	℃	-8	Max -5	Max -15	-6	-37
総発熱量	Kcal/ kg	10,920	9,500	9,500	9,490	9,730
蒸留試験 初留点	℃	170	指定なし	指定なし	185	161.5
10%℃	℃	220	指定なし	指定なし	320	181.5
50%℃	℃	280	指定なし	指定なし	337	216
終点℃	℃	360	指定なし	指定なし	362	342
硫黄分	%	0.2以下	Max 0.01	Max 0.01	0.01	0.01

【0112】

上記の結果から、得られた低沸点油は、日本国内におけるメチルエステル化法EU規格より精度が高いことが明らかとなった。特に、日本国内で実際に精製を

行っている某社と比較した場合、その性能差が表れている。燃料としての分析の中で、蒸留試験結果の数値は重要である。表の通り蒸留試験において、リバイブ燃料は出光軽油より優れた数値である。このことは、燃料として如何に液体粒子が極小化されているかということがわかれると思われる。エンジン中の噴射燃料の粒径をより小さくすることは、内燃機関中で不完全燃焼を防ぎ、完全燃焼させることができるということになる。完全燃焼することは、排気ガス中に有害物質を含まず黒鉛が発生しなくなる。従って、現在、社会問題化しているディーゼルエンジンから排出される排気ガスによる環境汚染の改善が期待できるものである。

【0113】

【発明の効果】

以上詳しく記載したように、本発明のエンジン用燃料の製造方法、製造装置及び製造プラントは、植物性の高沸点油脂を低沸点油に改質することを内容とするが、メチルアルコール、エチルアルコールのような高引火性物質が介在しないから、防災的な面で安全性が高い。

【0114】

防災的な面で安全性が高いことから、その製造装置の組み立て、プラントの建設も安価であり、エンジン用燃料を安価に製造できる。

【0115】

還元剤・重合防止剤を用いることから、オゾンによる酸化反応が調整され、クラッキング反応が進行し過ぎて低沸点油になりすぎたり、重合して高沸点油脂になりすぎたりすることが防止され、従来廃棄していた植物廃油を原料とした良質なディーゼルエンジン用燃料の製造を実現したのである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 製造プラントの一例を示す。

【図2】 第一次反応槽2の第一の例の概念を示す。

【図3】 プロペラ回転板型攪拌羽の拡大図を示す。

【図4】 第一次反応槽の第二の例の概念を示す。

【図5】 自然分離型油水分離槽の概念を示す。

【図6】 濾材投入槽の概念を示す。

【図 7】 第一次濾過装置の概念を示す。

【図 8】 第二次反応槽の概念を示す。

【図 9】 第二次濾過装置の概念を示す。

【図 1 0】 吸引式の濾過装置の概念を示す。

【図 1 1】 加圧式の濾過装置の概念を示す。

【図 1 2】 製品前処理装置の概念を示す。

【図 1 3】 製造工程の概略を示す。

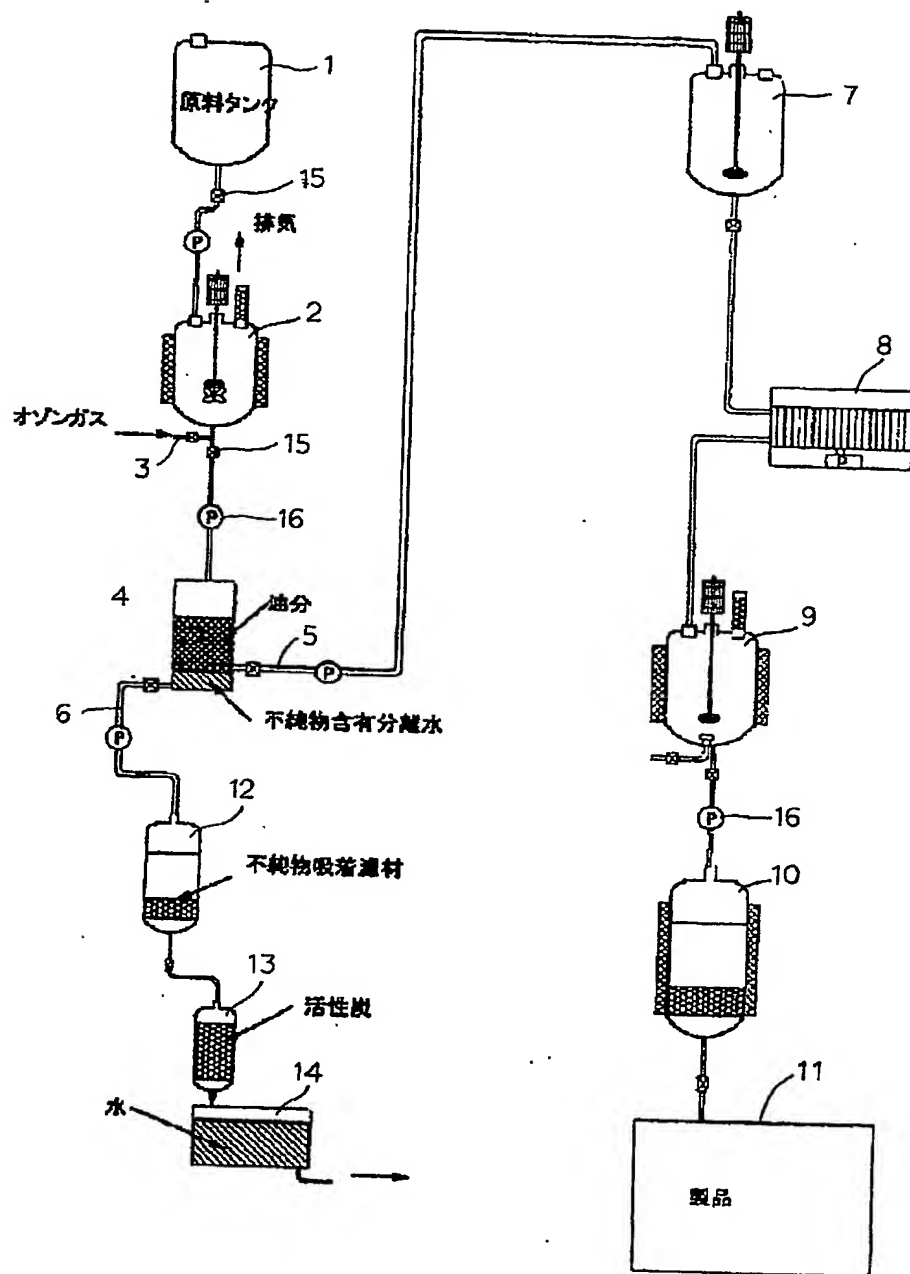
【図 1 4】 従来のメチルエステル化工程を示す

【符号の説明】

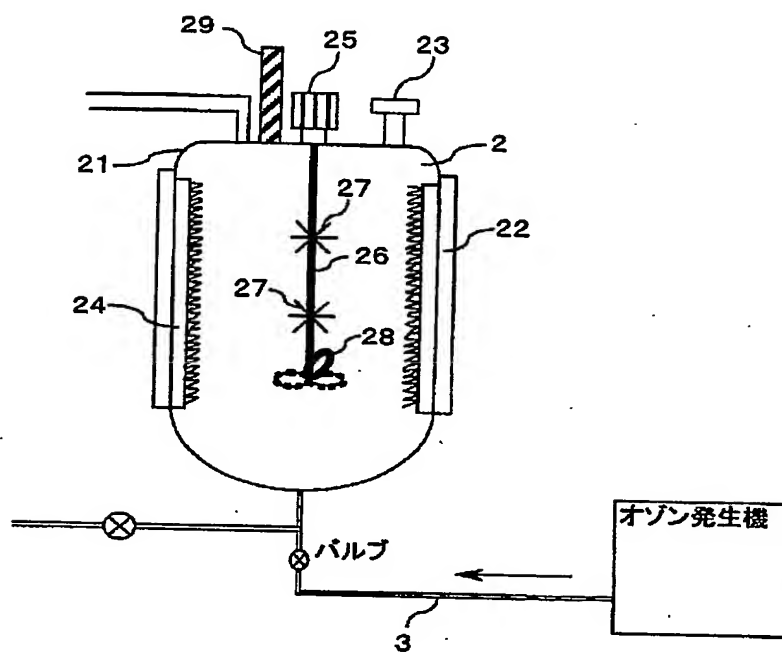
- 1 原料タンク
- 2 第一次反応槽
- 3 オゾンガス管
- 4 油水分離槽
- 7 濾材投入槽
- 8 第一次濾過装置
- 9 第二次反応槽
- 1 0 第二次濾過装置
- 1 1 製品貯蔵タンク
- 1 2 不純物吸着槽
- 1 3 濾過槽
- 1 4 オゾン注入槽
- 5 0 濾過装置
- 6 0 製品前処理装置

【書類名】 図面

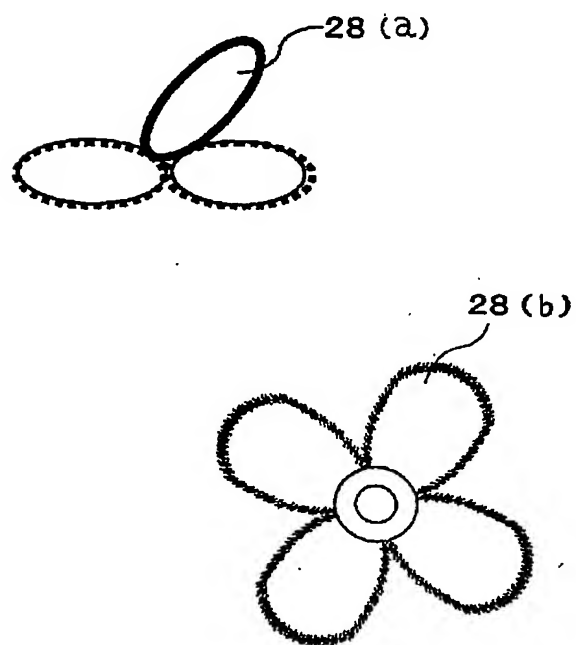
【図 1】



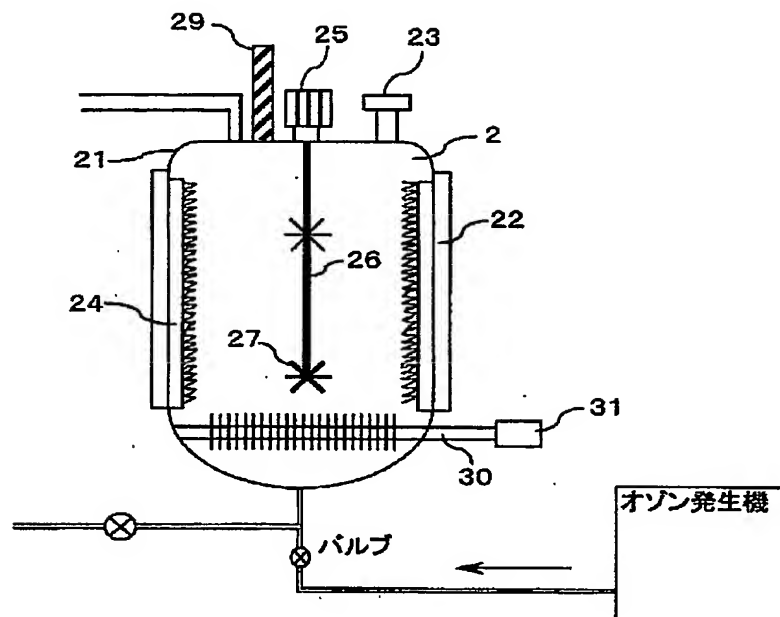
【図 2】



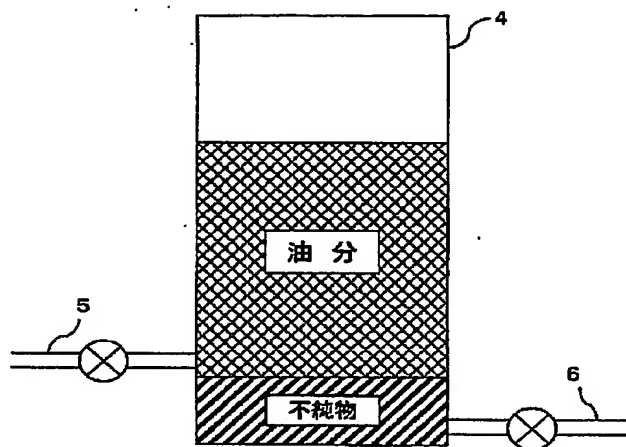
【図 3】



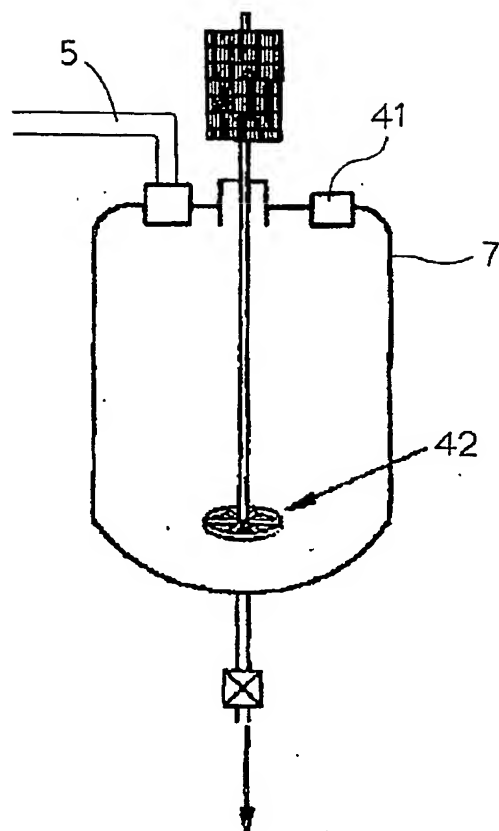
【図4】



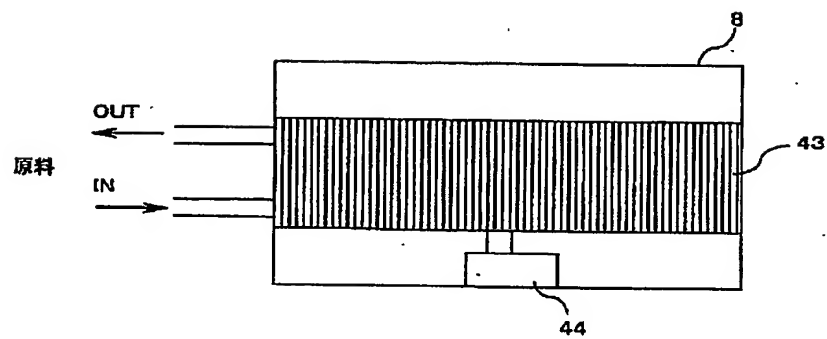
【図5】



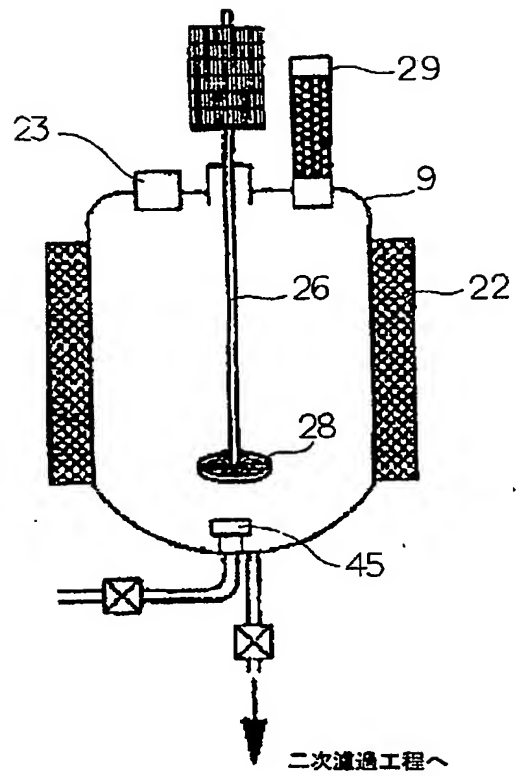
【図6】



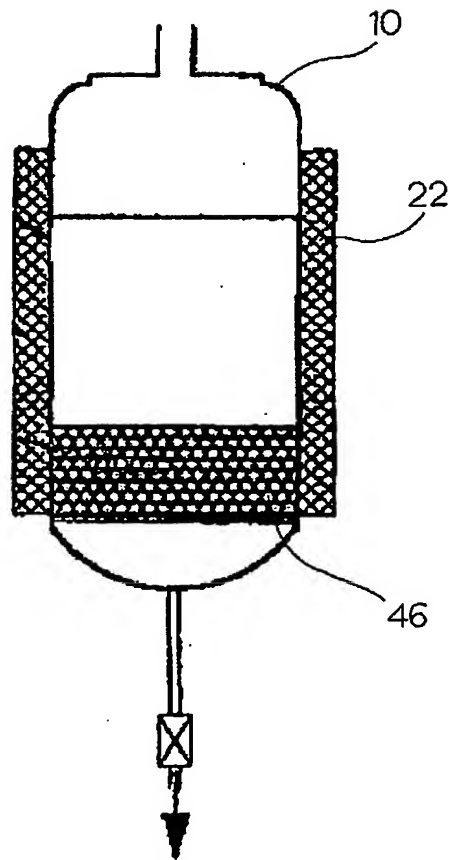
【図7】



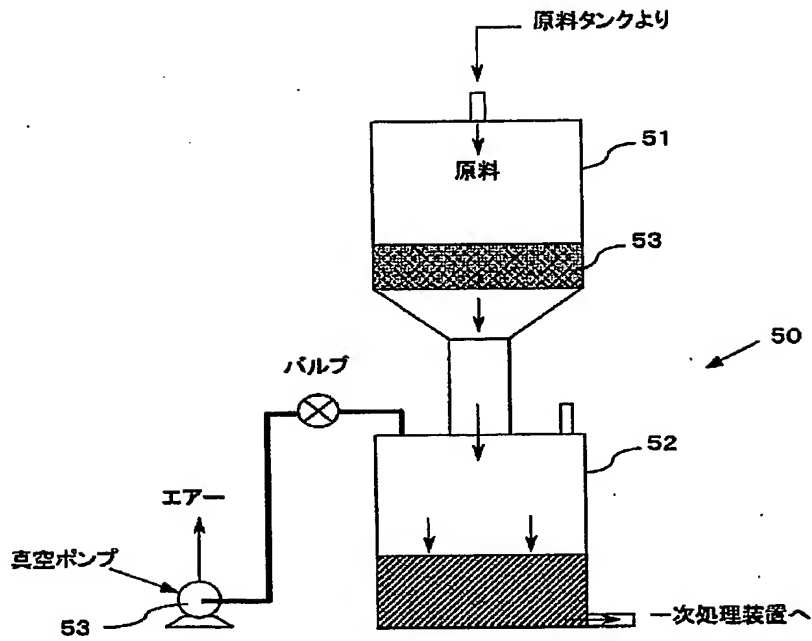
【図8】



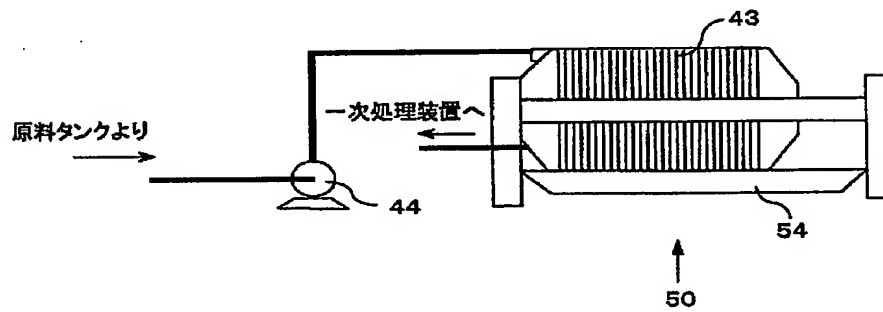
【図9】



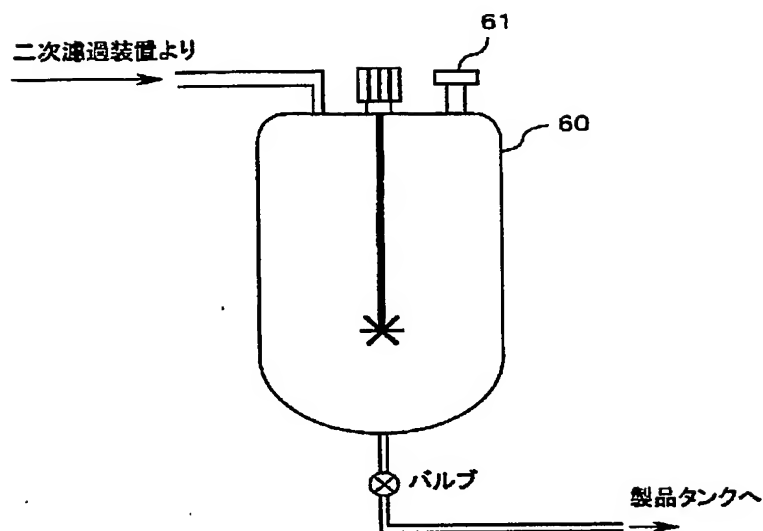
【図10】



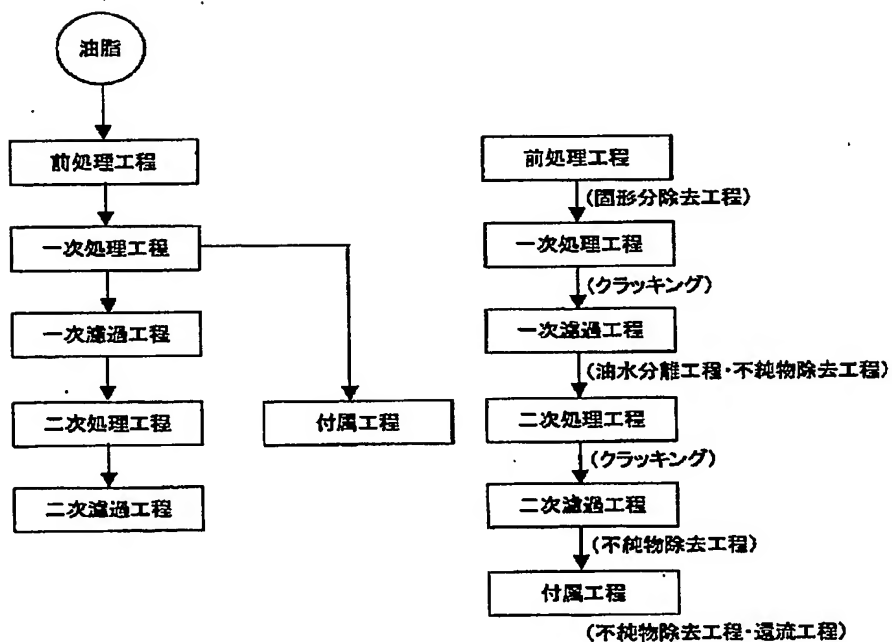
【図11】



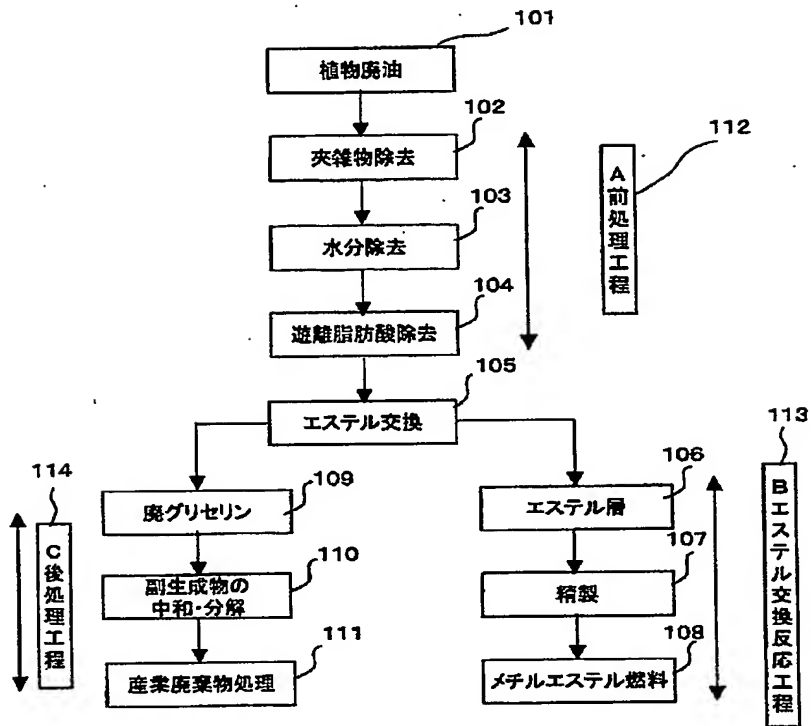
【図 12】



【図 13】



【図14】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 従来廃棄していた植物廃油を原料とした安価で良質なディーゼルエンジン用燃料の製造方法を提供する。

【解決手段】 原料タンク 1 と、固形成分を除去する濾過装置と、オゾンと反応させて一度目のクラッキングをする第一次反応槽 5 と、クラッキング反応で関与した水分を分離する油水分離装置 4 と、油脂を第一次濾過する第一次濾過装置 8 と、二度目のクラッキング反応をする第二次反応槽 9 と、第二次濾過装置 10 と、添加物を加える添加装置と、油水分離装置で油脂相を排除した水相成分を浄化する不純物吸着槽 12 と濾過槽 13 とを設け、第一次、第二次反応では還元剤と重合防止剤とを投入する。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-129171
受付番号	50200634480
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 5月 1日

<認定情報・付加情報>
【提出日】

平成14年 4月30日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [501059268]

1. 変更年月日 2001年 1月 9日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区永田町二丁目9番6号
氏 名 株式会社フロンティア・ジャパン

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.